



SCHWEIZERISCHE Eidgenossenschaft
BUNDESAMT FÜR GEISTIGES EIGENTUM

Erfindungspatent für die Schweiz und Liechtenstein
Schweizerisch-Liechtensteiner Patentschutzvertrag vom 22. Dezember 1978

⑪ CH 669 050 A5

⑤① Int. Cl.: G 02 F 1/19
G 01 D 5/38
G 01 J 1/48
G 01 N 21/77

⑫ PATENTSCHRIFT A5

⑲ Gesuchsnummer: 2257/85

⑳ Anmeldungsdatum: 29.05.1985

㉔ Patent erteilt: 15.02.1989

㉕ Patentschrift
veröffentlicht: 15.02.1989

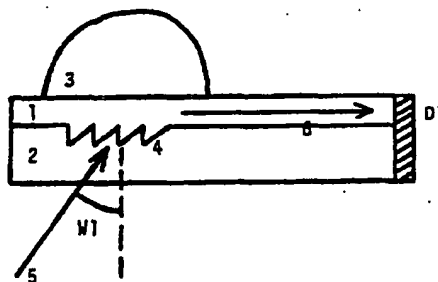
㉗ Inhaber:
Oerlikon-Bührle Holding AG, Zürich

㉘ Erfinder:
Tiefenthaler, Kurt, Zürich
Lukosz, Walter, Greifensee

㉙ Vertreter:
Werkzeugmaschinenfabrik Oerlikon-Bührle AG,
Zürich

⑤④ Sensor zum Nachweis von Änderungen der Brechzahl einer festen oder flüssigen Messsubstanz.

⑤⑦ Der Sensor zum Nachweis von Brechzahländerungen in Flüssigkeiten und Festkörpern ist mit integriert optischen Elementen aufgebaut. Als wellenleitende Struktur besteht er aus einem wellenleitenden Film (1), einem Substrat (2) und einem Beugungsgitter (4). Eine Messsubstanz (3) bedeckt den wellenleitenden Film (1) mindestens im Bereich des Beugungsgitters (4). Das Sensorprinzip besteht darin, dass eine Änderung der Brechzahl der Messsubstanz (3) eine Änderung der effektiven Brechzahl N einer im wellenleitenden Film (1) geführten, als Mode bezeichneten Lichtwelle (6) bewirkt. Zur Detektion dieser Änderung wird die aus wellenleitender Struktur und Messsubstanz (3) bestehende Anordnung (1, 2, 3, 4) als Gittereinkoppler und/oder als Gitterauskoppler oder Braggreflektor eingesetzt.



PATENTANSPRÜCHE

1. Sensor zum Nachweis von Änderungen des Realteils und/oder des Imaginärteils der komplexen Brechzahl einer flüssigen oder festen Messsubstanz, dadurch gekennzeichnet, dass er aus einem wellenleitenden Film (1), einem Substrat (2) und zumindest einem als Gitterkoppler oder Bragg-Reflektor dienenden Beugungsgitter (4) besteht, dass er auch im Bereich des Beugungsgitters (4) als wellenleitende Struktur aufgebaut ist, und dass er zumindest im Bereich des Beugungsgitters (4) mit der Messsubstanz (3) in Kontakt bringbar ist.
2. Sensor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Beugungsgitter (4) ein Phasenvolumengitter ist.
3. Sensor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass das Beugungsgitter (4) ein Oberflächenreliefgitter ist.
4. Sensor nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, dass die Brechzahl des wellenleitenden Films (1) zur Erreichung hoher Empfindlichkeiten mindestens 1%, vorzugsweise jedoch mehr als 10% grösser als diejenige des Substrats (2) gewählt ist.
5. Sensor nach einem der Ansprüche 1 oder 4, dadurch gekennzeichnet, dass der wellenleitende Film (1) ausserhalb der Gitterregion mit einer Schutzschicht (10) zur teilweisen oder vollständigen Verhinderung einer Beeinflussung eines Modus ausserhalb der Gitterregion bedeckt ist.
6. Verwendung des Sensors nach einem der Ansprüche 1 bis 5 zum Nachweis von Änderungen des Realteils und/oder des Imaginärteils der komplexen Brechzahl einer flüssigen oder festen Messsubstanz, dadurch gekennzeichnet, dass die durch eine Brechzahländerung der Messsubstanz (3) bewirkte Änderung der effektiven Brechzahl eines sich in einer aus wellenleitender Struktur sowie Messsubstanz (3) bestehenden Anordnung ausbreitenden Modus (6) gemessen wird.
7. Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass ein Laserstrahl (5), der unter einem fest gewählten Einfallswinkel (W1) auf das Beugungsgitter (4) gerichtet wird, über dieses Beugungsgitter (4) in den wellenleitenden Film (1) eingekoppelt wird und dass die durch Brechzahländerungen der Messsubstanz (3) bewirkten Änderungen der effektiven Brechzahl bestimmt werden, indem die Änderungen der Intensität des Modus (6) gemessen werden.
8. Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass ein Einfallswinkel (W1), unter dem ein Laserstrahl (5) auf das Beugungsgitter (4) gerichtet wird, bei einer Brechzahländerung der Messsubstanz (3) so nachjustiert wird, dass der Mode (6) die grösst mögliche Intensität hat, und dass die Änderung der effektiven Brechzahl aus der Änderung des Einfallswinkels (W1) bestimmt wird.
9. Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Mode (6) durch das Beugungsgitter (4) aus dem wellenleitenden Film (1) ausgekoppelt wird und dass die durch eine Brechzahländerung der Messsubstanz (3) bewirkte Änderung der effektiven Brechzahl bestimmt wird, indem die Änderung des Auskopplungswinkels (W2) gemessen wird oder bei festem Auskopplungswinkel (W2) die Intensitätsänderung des ausgekoppelten Laserstrahls (7) registriert wird.
10. Verwendung nach Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, dass der Mode (6) unter einem Glanzwinkel (W3) auf das Beugungsgitter (4) gerichtet wird und am Beugungsgitter (4) Bragg-reflektiert wird und dass die durch eine Brechzahländerung der Messsubstanz (3) bewirkte Änderung der effektiven Brechzahl bestimmt wird, indem die Intensitätsänderung des reflektierten Modus (8) und/oder des transmittierten Modus (9) gemessen wird.
11. Verwendung nach einem der Ansprüche 7 bis 10, dadurch gekennzeichnet, dass die Intensität des Modus (6) dadurch bestimmt wird, dass der Mode über ein zweites Beugungsgitter (13) ausgekoppelt und die Intensität eines ausgekoppelten Laserstrahls (15) mit einem Detektor (16) gemessen wird.

BESCHREIBUNG

Die vorliegende Erfindung betrifft einen Sensor gemäss Oberbegriff des Patentanspruches 1. Ein bekanntes Gerät zur Erfassung von Brechzahländerungen in Flüssigkeiten und Festkörpern ist das Refraktometer, das den Totalreflexionswinkel zwischen zwei Medien bestimmt, wobei das Referenzmedium aus einem hochbrechenden Prisma besteht, dessen Brechzahl bekannt ist. Dieses Gerät beansprucht relativ viel Platz und das benötigte Messvolumen ist verhältnismässig gross, was für kostspielige Messsubstanzen von grossem Nachteil sein kann.

Die Erfindung, wie sie im Patentanspruch 1 gekennzeichnet ist, löst die Aufgabe, einen Sensor zu schaffen, welcher

1. Brechzahländerungen von Flüssigkeiten und Festkörpern bis in die Grössenordnung von 10^{-4} noch auflösen kann;
2. ein sehr geringes Messvolumen benötigt;
3. möglichst wenig Platz beansprucht.

Im folgenden wird die Erfindung anhand von Zeichnungen beispielsweise näher erläutert.

Es zeigen:

Fig. 1 eine schematische Darstellung der Grundelemente der Erfindung;

Fig. 2 eine erfindungsgemässe Messeinrichtung mit einem Gittereinkoppler;

Fig. 3 eine erfindungsgemässe Messeinrichtung mit einem Gitterauskoppler;

Fig. 4 eine erfindungsgemässe Messeinrichtung mit einem Bragg-Reflektor;

Fig. 5 eine schematische Darstellung der Grundelemente der Erfindung, wobei der Wellenleiter ausserhalb der Gitterregion mit einer Schutzschicht bedeckt ist;

Fig. 6 eine erfindungsgemässe Einrichtung zur Messung der Intensität der geführten Lichtwelle, wobei das von der geführten Lichtwelle erzeugte Streulicht mit einer Faseroptik aufgefangen und einem Detektor zugeführt wird;

Fig. 7 eine erfindungsgemässe Einrichtung zur Messung der Intensität der geführten Lichtwelle, wobei dazu die geführte Lichtwelle über ein zweites Beugungsgitter ausgekoppelt wird.

Grundbaustein der integrierten Optik ist der planare Wellenleiter. Dieser besteht aus einer dünnen dielektrischen Schicht, die sich auf einem Substrat befindet. Einkoppeltes Laserlicht kann durch Totalreflexion in dieser dünnen Schicht geführt werden. Die Ausbreitungsgeschwindigkeit einer solchen geführten Lichtwelle (nachstehend als «Mode» bezeichnet) beträgt c/N , wobei c die Lichtgeschwindigkeit und N die effektive Brechzahl des im Wellenleiter sich ausbreitenden Modus sind. Die effektive Brechzahl N wird einerseits durch die Konfiguration des Wellenleiters (Schichtdicke und Brechzahl der dünnen Schicht sowie Brechzahl des Substrats) und andererseits durch die Brechzahl der an die dünne Schicht angrenzenden Messsubstanz festgelegt. Das Sensorprinzip beruht darauf, dass eine Änderung der Konfiguration des Wellenleiters eine Änderung der effektiven Brechzahl N zur Folge hat. Eine auf diese Weise bewirkte Änderung der effektiven Brechzahl kann beispielsweise mit einem Gittereinkoppler und/oder mit einem Gitterauskoppler oder mit einem Bragg-Reflektor detektiert werden. Die Wirkungsweise des Gitterkopplers bzw. des Bragg-Reflektors ist anhand der Figuren beschrieben.

Fig. 1 zeigt in schematischer Darstellung die Grundelemente der Erfindung. Eine dünne Schicht befindet sich in Form eines wellenleitenden planaren Films 1 (beispielsweise einer glasartigen $\text{SiO}_2\text{-TiO}_2$ Schicht) auf einem Substrat 2 (beispielsweise einem Borosilikat-Glas). Der wellenleitende Film 1 und das Substrat 2 bilden zusammen den sogenannten Wellenleiter 1/2. Damit sich Laserlicht via Totalreflexion im wellenleitenden Film 1 ausbreiten kann, muss die Brechzahl des wellenleitenden Films 1 grösser als die der benachbarten Medien (d.h. Substrat 2, Messsubstanz 3) sein. Der wellenleitende Film 1 kann eine mikrostruktur aufweisen, wie dies zum Beispiel bei der

Filmherstellung mit einem Tauchbeschichtungsverfahren erreicht werden kann. Auf der entweder dem Substrat 2 oder der Messsubstanz 3 zugewandten Oberfläche des wellenleitenden Films 1 oder auch in dessen Volumen befindet sich ein Beugungsgitter 4 der Länge L (zur Herstellung des Wellenleiters und des Beugungsgitters [vergleiche z.B. W. Lukosz und K. Tiefenthaler, *Optics Letters* 8 (1983), 537-539].

Das Beugungsgitter 4 dient zur Beugung von Laserlicht, wobei die Beugung massgeblich durch die effektive Brechzahl N beeinflusst wird.

Auf dem wellenleitenden Film 1 befindet sich zumindest in der Gitterregion die zu untersuchende Substanz 3, welche auch als «Messsubstanz» bezeichnet wird.

Nach Fig. 2 kann ein Laserstrahl 5 über ein Beugungsgitter 4 in einen Wellenleiter 1/2 eingekoppelt werden und in Form eines Modes 6 den Wellenleiter 1/2 entlanglaufen. Es spielt keine Rolle, ob der Laserstrahl 5 von der Substratseite oder von der Messsubstanzseite her auf das Beugungsgitter 4 fällt. Als Laser kann beispielsweise ein Helium-Neon Laser oder ein Halbleiter-Laser verwendet werden. Die Einkopplungsbedingung ist eine Resonanzbedingung und ist dadurch charakterisiert, dass je nach Wellenleiter-Konfiguration, d.h. je nach effektiver Brechzahl des Modes 6, der Einfallswinkel W1 des Laserstrahls 5 entsprechend gewählt werden muss, um eine maximale Intensität des Modes 6 zu erreichen. Der Einfallswinkel W1 des Laserstrahls 5 wird infolgedessen durch die effektive Brechzahl N des angeregten Modes 6 bestimmt, welche im wesentlichen von den Brechzahlen der am Wellenleiter beteiligten Medien, von der Brechzahl der Messsubstanz 3 und von der Schichtdicke des wellenleitenden Films 1 bestimmt ist. Wird infolge einer Brechzahländerung der Messsubstanz 3 die effektive Brechzahl N des Modes 6 geändert, so ist der ursprünglich gewählte Einfallswinkel W1 nicht mehr optimal, so dass die Intensität des Modes 6 sich ändert. Brechzahländerungen einer flüssigen Messsubstanz 3 können beispielsweise durch eine in ihr ablaufende (bio)chemische Reaktion zustandekommen. Die Messsubstanz 3 kann aber auch aus einem Festkörper bestehen. Es können dann physikalische Prozesse wie beispielsweise Diffusionsvorgänge von Fremdstoffen in beispielsweise dünn-schichtartigen Festkörpern bestimmt werden, falls diese mit Brechzahländerungen verbunden sind. Es können sich sowohl Realteil als auch Imaginärteil der als komplexe Grösse aufzufassenden Brechzahl ändern. Eine Änderung des Imaginärteils der Brechzahl der Messsubstanz 3 ist mit einer Änderung der Lichttransmission der Messsubstanz 3 verbunden. Da bei Änderungen der Lichttransmission nach dem Beer'schen Gesetz die optische Wegstrecke eine wesentliche Rolle spielt, ist es vorteilhaft, wenn die Messsubstanz 3 den wellenleitenden Film 1 auch ausserhalb der Gitterregion bedecken kann. Die Änderung der effektiven Brechzahl des Modes 6 kann nun auf zwei verschiedene Arten gemessen werden.

Bei kleinen effektiven Brechzahländerungen kann die Änderung der Lichtintensität des Modes 6 mit Hilfe eines Detektors D1 gemessen und damit auf die Änderung der effektiven Brechzahl und somit auf die Brechzahländerung der Messsubstanz 3 geschlossen werden. Diese Messmethode eignet sich für die Messung von effektiven Brechzahländerungen, die kleiner sind als die Halbwertsbreite der Resonanzeinkopplungskurve. Die Halbwertsbreite der Resonanzeinkopplungskurve hängt wegen der Unschärfelerelation von der Ausdehnung L des Beugungsgitters ab [vergleiche hierzu K. Tiefenthaler und W. Lukosz, *Optics Letters* 9 (1984), 137-139]. Bei einer Gitterlänge $L = 6 \text{ mm}$ und einer Wellenlänge von 633 nm können Brechzahländerungen der Messsubstanz 3 in der Grössenordnung von 10^{-4} noch aufgelöst werden (vergleiche hierzu Dissertation K. Tiefenthaler, ETH Nr. 7744).

Bei effektiven Brechzahländerungen, die grösser als die Halbwertsbreite der Resonanzeinkopplungskurve sind, erfolgt

die Registrierung durch Optimierung der Lichtintensität des Modes 6, indem der Einfallswinkel W1 des Laserstrahls 5 so nachgestellt wird, dass die Lichtintensität des Modes 6 stets maximal ist. Aufgrund der Änderung des Einfallswinkels W1 kann auf die Änderung der effektiven Brechzahl des Modes 6 geschlossen werden. Es besteht auch die Möglichkeit, den Einfallswinkel W1 aufgrund von Berechnungen derart zu wählen, dass ein Mode 6 von maximaler Intensität erst dann entsteht, wenn die Brechzahländerung der Messsubstanz 3 einen gewünschten Wert erreicht hat.

In Fig. 3 ist eine erfindungsgemässe Messeinrichtung mit einem Gitterauskoppler gezeigt. Wellenleiter 1/2 und Beugungsgitter 4 sind in Fig. 1 beschrieben. Fällt ein Mode 6 auf das Beugungsgitter 4, so wird das Laserlicht teilweise oder vollständig ausgekoppelt. Der ausgekoppelte Laserstrahl 7 tritt unter einem bestimmten Auskopplungswinkel W2, der durch die effektive Brechzahl des Modes 6 bestimmt ist, aus dem Wellenleiter 1/2 aus. Die Erzeugung des Modes 6 ist in Fig. 3 nicht eingezeichnet. Der Mode 6 kann beispielsweise durch Stirnflächeneinkopplung, Prismeneinkopplung, Gittereinkopplung etc. angeregt werden (vergleiche hierzu T. Tamir, *Integrated Optics*, Kap. 3). Eine Brechzahländerung der zumindest die Gitterregion bedeckenden Messsubstanz 3 bewirkt eine Änderung der effektiven Brechzahl des Modes 6 in der Gitterregion, was eine Änderung des Auskopplungswinkels W2 zur Folge hat. Diese Änderung des Auskopplungswinkels W2 kann beispielsweise mit einem Diodenarray D2 oder einem anderen positionsempfindlichen Detektor gemessen werden.

In Fig. 4 ist ein sogenannter Bragg-Reflektor gezeigt. Die für die Gitterkoppler (Fig. 2 und 3) verwendeten Beugungsgitter können auch als Bragg-Reflektoren eingesetzt werden. Ein Mode 6 wird an einem Beugungsgitter 4 Bragg-reflektiert, falls die Bragg-Bedingung erfüllt ist, d.h. falls der Glanzwinkel W3 dem Bragg-Winkel entspricht (vergleiche hierzu W. Lukosz und K. Tiefenthaler, *Optics Letters* 8 (1983), 537-539). Für die Erzeugung des Modes 6 gilt das gleiche wie das zu Fig. 3 gesagte. Die Detektoren D3 und D4 messen die Intensität eines am Beugungsgitter 4 reflektierten Modes 8 und/oder die Intensität eines transmittierten Modes 9. Der Braggwinkel wird durch die effektive Brechzahl N des Modes 6 in der Gitterregion festgelegt. Ändert sich die effektive Brechzahl N des Modes 6 aufgrund einer Brechzahländerung der Messsubstanz 3, so wird die Bragg-Bedingung gestört. Die Intensitäten des reflektierten und transmittierten Modes ändern sich. Durch Messung der Lichtintensität des reflektierten Modes 8 und/oder des transmittierten Modes 9 mit den Detektoren D3 und/oder D4 kann auf die Brechzahländerung der Messsubstanz 3 geschlossen werden.

Eine andere Messmöglichkeit besteht darin, den Glanzwinkel W3 derart zu wählen, dass die Bragg-Bedingung gerade nicht erfüllt und somit kein reflektierter Mode 8 vorhanden ist. Hat die Brechzahländerung der Messsubstanz 3 den gewünschten Wert erreicht, tritt ein reflektierter Mode 8 auf, da die Bragg-Bedingung dann erfüllt ist. Anhand des Glanzwinkels W3 und der Intensität des reflektierten Modes 8 und/oder des transmittierten Modes 9 kann auf die Brechzahländerung der Messsubstanz 3 geschlossen werden.

Durch Lichtstreuung oder Lichtabsorption des Modes an der Messsubstanz 3 kann der Mode nach Verlassen der Gitterregion so stark geschwächt werden, dass eine Messung der Lichtintensität nicht mehr möglich ist. Um diesen Effekt zu reduzieren oder gar zu verhindern, ist es vorteilhaft – wie in Fig. 5 gezeigt – den wellenleitenden Film 1 ausserhalb der Gitterregion mit einer Schutzschicht 10 zu bedecken. Diese Schutzschicht 10 kann beispielsweise eine SiO_2 -Schicht sein. Die Schichtdicke der Schutzschicht 10 muss so gross gewählt werden, dass ausserhalb der Gitterregion der Mode mit der Messsubstanz 3 nur wenig oder überhaupt nicht wechselwirken kann. Die Schutzschicht 10 kann auch dazu verwendet werden, den störenden Einfluss der

Befestigungseinrichtung einer – in Figur 5 nicht eingezeichneten – mit der Messsubstanz 3 gefüllten Küvette zu verhindern.

Aus Fig. 5 ist ferner ersichtlich, dass es vorteilhaft ist, die Schutzschicht 10 ausserhalb der Gitterregion in Form eines Tapers (also nicht in Form einer abrupten Stufe) anwachsen zu lassen.

In Fig. 2 und 4 sind Detektoren eingezeichnet, welche die Intensität der Moden 6 bzw. 8 und 9 direkt messen. Eine weitere Detektionsmöglichkeit ist in Fig. 6 beschrieben, wobei hier das vom Mode 6 erzeugte Streulicht 11 mit einer Faseroptik 12 aufgefangen und einem Detektor D5 zugeführt wird. Die Intensität des Streulichtes 11 ist proportional zur Intensität des Modus 6. Das Streulicht 11 ist aufgrund von nicht vermeidbaren Inhomogenitäten im wellenleitenden Film 1 stets vorhanden.

In gleicher Weise kann beim Bragg-Reflektor (siehe Fig. 4) anstatt der direkten Messung der Intensität der Moden 8 und/oder 9 die Intensität des Streulichtes des reflektierten Modus 8 und/oder des transmittierten Modus 9 gemessen werden.

Es besteht aber auch die Möglichkeit – wie in Fig. 7 gezeigt – den Mode 6 beispielsweise mit einem zweiten Beugungsgitter 13 zuerst auszukoppeln und dann die Intensität des unter einem Winkel W_4 ausgekoppelten Laserstrahls 15 mit einem Detektor D6 zu messen. Diese Intensität ist proportional zur Intensität des Modus 6. Der Auskopplungsmechanismus des zweiten Beugungsgitters 13 darf von der Messsubstanz 3 nicht gestört werden. Dies kann beispielsweise erreicht werden, indem in der Region des zweiten Beugungsgitters 13 eine Schutzschicht 14 den Wellenleiter von der Messsubstanz 3 trennt oder in dieser Gitterregion überhaupt keine Messsubstanz 3 vorhanden ist (Näheres

zur Schutzschicht vergleiche Erläuterungen zu Fig. 5). Die Auskopplung kann aber auch über einen Prismenkoppler oder einen Taper erfolgen (vergleiche hierzu T. Tamir, *Integrated Optics*, Kap. 3).

Die Empfindlichkeit des integriert optischen Sensors lässt sich definieren als differentielle Änderung der effektiven Brechzahl aufgrund einer differentiellen Brechzahländerung der Messsubstanz 3. Besonders hohe Empfindlichkeiten werden dann erreicht, wenn der wellenleitende Film 1 eine wesentlich höhere Brechzahl aufweist als das Substrat 2 und die Messsubstanz 3, und wenn die Schichtdicke des wellenleitenden Films 1 etwas grösser als die Mindestschichtdicke gewählt wird. Eine Mindestschichtdicke (die sogenannte cut-off-Schichtdicke) ist für den wellenleitenden Film 1 erforderlich, um überhaupt einen Mode in einem wellenleitenden Film 1 anregen zu können (vergleiche T. Tamir, *Integrated Optics*, Springer, Berlin 1979, Kap. 2).

Damit möglichst hohe Empfindlichkeiten erreicht werden, empfiehlt es sich, die Brechzahl des wellenleitenden Films 1 mindestens 1%, vorzugsweise mehr als 10% grösser als diejenige des Substrates 2 zu wählen. Werden hingegen Brechzahländerungen einer Messsubstanz 3 gemessen, deren Brechzahl grösser als die des Substrats 2 ist, so ist für die Erreichung einer hohen Empfindlichkeit der hohe Brechzahlunterschied zwischen wellenleitendem Film 1 und Substrat 2 unwesentlich (vergleiche hierzu Dissertation K. Tiefenthaler, ETH Nr. 7744).

Da das elektromagnetische Feld eines Modus als quergedämpfte Welle mit der Messsubstanz 3 wechselwirkt und dementsprechend um weniger als eine Lichtwellenlänge weit in die Messsubstanz 3 eindringt, können Brechzahländerungen an sehr geringen Messsubstanzmengen bestimmt werden.

Fig. 1

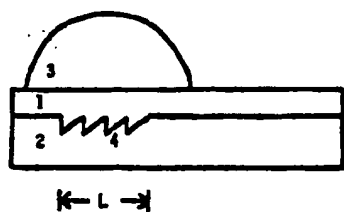


Fig. 4

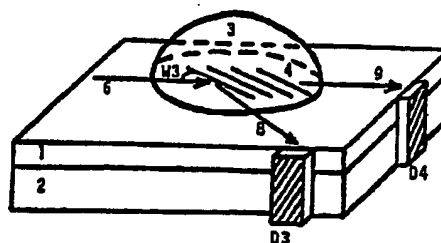


Fig. 2

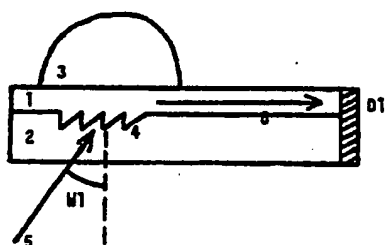


Fig. 5

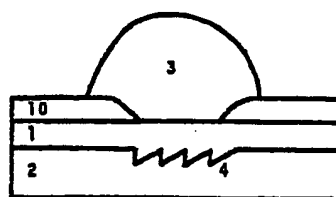


Fig. 3

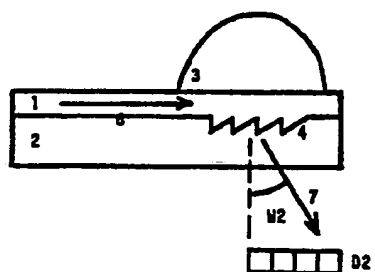


Fig. 6

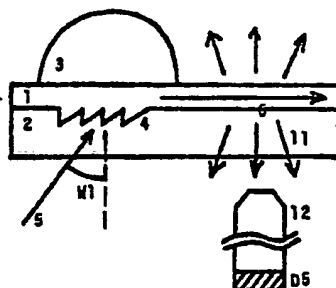
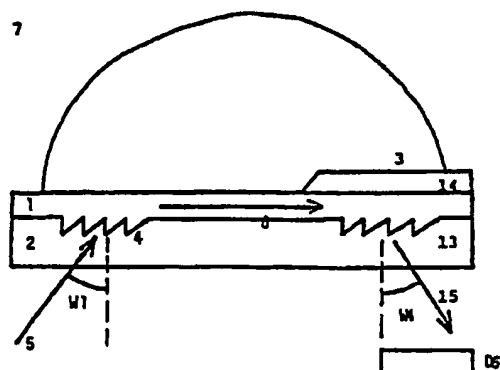


Fig. 7



THIS PAGE BLANK (USPTO)